

**Kualitas air laut –
Bagian 3: Cara uji amonia ($\text{NH}_3 - \text{N}$) dengan
biru indofenol secara spektrofotometri**



© BSN 2003

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Cara uji.....	2
3.1 Prinsip.....	2
3.2 Bahan	2
3.3 Peralatan	3
3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji.....	4
3.5 Persiapan pengujian	4
3.6 Prosedur	5
3.7 Perhitungan	5
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	6
4.1 Jaminan mutu	6
4.2 Pengendalian mutu.....	6
5 Rekomendasi.....	6
Lampiran A (informatif) Presisi dan akurasi.....	8
Lampiran B (normatif) Pelaporan.....	9
Bibliografi	10

Prakata

Dalam usaha untuk menyeragamkan teknik pengujian kualitas air laut sebagaimana telah ditetapkan dalam keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 02 Tahun 1988 tentang Baku Mutu Air, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air laut sebagaimana yang tercantum didalam keputusan Menteri tersebut.

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini disusun dengan mengadaptasi beberapa metode standar, seperti *ASTM*, *Standard Methods*, dan *JIS*, yang dikerjakan dengan cara melakukan validasi metode. Secara teknis, SNI ini disiapkan oleh Sub Panitia Teknis *Parameter Uji Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, *Manajemen Lingkungan* dan telah disepakati pada rapat konsensus tanggal 29 Oktober 2002.



Kualitas air laut – Bagian 3: Cara uji amonia ($\text{NH}_3 - \text{N}$) dengan biru indofenol secara spektrofotometri

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan amonia ($\text{NH}_3\text{-N}$) dalam air laut dengan biru indofenol secara spektrofotometri pada kisaran kadar 0,05 mg/l – 2,00 mg/l.

Standar ini digunakan untuk contoh uji air laut yang tidak berwarna.

2 Istilah dan definisi

2.1

amonia

amoniak yang terlarut dalam air laut yang disebut sebagai ammonium

2.2

larutan induk

larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

3.3

larutan induk amonia, $\text{NH}_3\text{-N}$

larutan yang dibuat dengan cara melarutkan 3,8190 gram amonium klorida anhidrat, NH_4Cl sehingga mempunyai kadar amonia, $\text{NH}_3\text{-N}$ 1000 mg /l

3.4

larutan baku amonia

larutan induk amonia yang diencerkan dengan air suling bebas amonia sehingga mempunyai kadar amonia, $\text{NH}_3\text{-N}$ 10 mg/l

3.5

larutan kerja amonia

larutan baku yang diencerkan dengan air laut buatan sehingga mempunyai kadar amonia, $\text{NH}_3\text{-N}$ 0,00; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,60; dan 2,00 mg/l

3.6

air laut buatan

air suling bebas amonia yang ditambah dengan bahan kimia tertentu sehingga mempunyai sifat-sifat yang mendekati sifat air laut alamiah

3.7

larutan blanko atau air suling bebas amonia

air suling yang tidak mengandung amonia atau mengandung amonia dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi

3.8

kertas saring bebas amonia

kertas saring yang bahan bakunya tidak mengandung nitrat, nitrit dan amonia misalnya kertas saring yang terbuat dari selulosa asetat

3.9

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

3.10

blind sample

larutan baku dengan kadar tertentu

3.11

spike matriks

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

3.12

CRM (Certified Reference Material)

bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Dalam suasana basa, amonia bereaksi dengan natrium hipoklorit membentuk senyawa monokloramin. Senyawa monokloramin yang terbentuk ekuivalen dengan kadar amonia dalam contoh uji. Dengan adanya senyawa fenol dan hipoklorit berlebihan, akan menghasilkan senyawa Indofenol yang berwarna biru. Kemudian warna biru yang terbentuk diukur absorbansinya pada panjang gelombang optimal disekitar 640 nm.

3.2 Bahan

a) Air suling bebas amonia

Masukkan 500 ml air suling, 15 ml NaOH 0,5 N dan 1 gram $K_2S_2O_8$ ke dalam labu destilasi. Pasang kondensor. Didihkan selama 15 menit. Tampung destilat sampai volume air dalam labu destilasi sekitar 150 ml. Simpan dalam botol gelas bertutup rapat.

b) Air laut buatan

Larutkan 31,0 gram NaCl; 10,0 gram $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ dan 0,05 gram $NaHCO_3 \cdot H_2O$ dengan 800 ml air suling bebas amonia dalam labu ukur 1000 ml. Tepatkan sampai tanda tera. Simpan dalam botol gelas.

c) Amonium klorida, NH_4Cl

d) Kertas saring bebas amonia berukuran pori 0,45 μm

e) Larutan fenol

10 gram fenol, C_6H_5OH dilarutkan dalam etil alkohol, CH_3OH sampai 100 ml. Lakukan di lemari asam. Larutan ini stabil selama 1 minggu.

f) Larutan natrium nitroprusid 0,5%

Larutkan 0,5 gram natrium nitroprusid dalam 100 ml air suling bebas amonia. Simpan dalam botol gelap. Larutan ini stabil selama 1 bulan.

g) Larutan alkalin sitrat

Larutkan 20 gram trisodium sitrat dan 1 gram naoh dalam air suling bebas amonia sampai 100 ml.

h) Larutan natrium hipoklorit 5 %.

i) Larutan oksidator

Campur 100 ml larutan alkalin sitrat dengan 25 ml larutan natrium hipoklorit. Dibuat pada saat akan digunakan.

3.3 Peralatan

- a) spektrofotometer;
- b) alat pengukur ph;
- c) labu ukur 50 ml, 100 ml, 1000 ml;.
- d) pipet ukur 0,5 ml, 2,0 ml, 4,0 ml, 8,0 ml dan 10 ml;
- e) gelas ukur 100 ml, 200 ml;
- f) erlenmeyer 50 ml bertutup;
- g) alat destilasi;
- h) timbangan analitik;
- i) botol semprot;
- j) oven; dan

k) desikator.

3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

- Saring air suling bebas amonia melalui kertas saring bebas amonia yang berukuran pori 0,45 μm , tampung hasil saringan. Larutan ini digunakan sebagai blanko penyaringan.
- Saring contoh uji dengan kertas saring bebas amonia yang berukuran pori 0,45 μm .
- Masukkan contoh uji ke dalam botol bebas amonia.
- Apabila tidak dapat segera dianalisis maka contoh uji diawetkan dengan H_2SO_4 sampai $\text{pH} < 2$ dan disimpan pada temperatur 4°C tidak lebih dari 28 hari.
- Jika akan dianalisis, contoh uji harus dalam pH netral.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Pembuatan larutan induk amonia, $\text{NH}_3\text{-N}$ 1000 mg/l

- Panaskan amonium klorida, NH_4Cl anhidrat pada temperatur 100°C \pm 5°C selama 2 jam, lalu dinginkan dalam desikator.
- Timbang 3,8190 gram, dengan 100 ml air suling bebas amonia di dalam labu ukur 1000 ml.
- Tambahkan air suling bebas amonia sampai tepat tanda tera.

3.5.2 Pembuatan larutan baku amonia, $\text{NH}_3\text{-N}$ 10 mg/l

- Pipet 10 ml larutan induk amonia ke dalam labu ukur 1000 ml.
- Tambahkan air suling bebas amonia sampai tepat tanda tera.

3.5.3 Pembuatan larutan kerja amonia

- Pipet 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 8,0; 10,0 ml larutan baku amonia, $\text{NH}_3\text{-N}$ 10 mg/l masing-masing ke dalam labu ukur 50 ml.
- Tambahkan air laut buatan sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh kadar amonia, $\text{NH}_3\text{-N}$ 0,00; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,60; 2,00 mg/l

3.5.4 Pembuatan kurva kalibrasi

- Optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat.
- Pipet 25 ml larutan kerja dan masukkan ke dalam erlenmeyer 50 ml.
- Tambahkan 1 ml larutan fenol kemudian kocok.
- Tambahkan 1 ml larutan natrium nitroprusid kemudian kocok.
- Tambahkan 2,5 ml larutan oksidator.

- f) Tutup erlenmeyer dan simpan di ruang gelap pada temperatur 22°C – 27°C selama minimal 1 jam, warna larutan akan stabil selama 24 jam.
- g) Buat kurva kalibrasi dengan mengukur absorbansinya pada panjang gelombang optimal disekitar 640 nm.

3.6 Prosedur

- a) Ke dalam erlenmeyer 50 ml, pipet 25 ml contoh uji yang sudah dinetralkan pH-nya.
- b) Tambahkan 1 ml larutan fenol kemudian kocok.
- c) Tambahkan 1 ml larutan natrium nitroprusid kemudian kocok.
- d) Tambahkan 2,5 ml larutan oksidator.
- e) Tutup erlenmeyer dan simpan di ruang gelap pada temperatur 22°C – 27°C minimal 1 jam; warna larutan akan stabil selama 24 jam.
- f) Ukur absorbansinya pada panjang gelombang optimal di sekitar 640 nm.
- g) Lakukan pekerjaan contoh uji secara duplo.
- h) Lakukan pengukuran blanko:
Ke dalam erlenmeyer 50 ml, pipet 25 ml air laut buatan, lakukan langkah 3.6 b) sampai dengan 3.6 g).
- i) Untuk kontrol kontaminasi pada kertas saring, ke dalam erlenmeyer 50 ml, pipet 25 ml blanko penyaringan pada langkah 3.4 a), lakukan langkah 3.6 b) sampai dengan 3.6 g).
- j) Pembuatan *spike matriks*:
 - 1) 15 ml contoh uji ditambah 10 ml larutan kerja 2 mg/l. Lakukan langkah 3.6 b) sampai dengan 3.6 g) kadar standar yang diperoleh 0,8 mg/l;
 - 2) 15 ml contoh uji ditambah 10 ml air laut buatan. Lakukan langkah 3.6 b) sampai dengan 3.6 g).

3.7 Perhitungan

3.7.1 Kadar amonia

- a) Masukkan hasil pembacaan absorbansi larutan blanko ke dalam kurva kalibrasi.
- b) Masukkan hasil pembacaan absorbansi larutan contoh uji ke dalam kurva kalibrasi.
- c) Kadar amonia adalah hasil pembacaan kadar larutan contoh uji dari kurva kalibrasi.

3.7.2 Persen temu balik (% Recovery, % R)

$$\% R = \frac{A - B}{C} \times 100 \%$$

dengan pengertian:

- A adalah kadar contoh uji yang *dispike*, mg/l;
 B adalah kadar contoh uji yang tidak *dispike*, mg/l;
 C adalah kadar standar yang diperoleh, mg/l;

$$= \frac{y \times z}{v}$$

Keterangan:

y adalah volume standar amonia yang ditambahkan, ml;

z adalah kadar amonia yang ditambahkan, mg /l;

v adalah volume akhir, ml.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas murni (pa).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi atau terverifikasi.
- Gunakan air laut buatan untuk pembuatan blanko dan larutan kerja.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum (*holding time*).

4.2 Pengendalian mutu

- Linearitas kurva kalibrasi (r) harus $\geq 0,95$ dan intersep \leq batas deteksi
- Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
Kadar amonia dalam larutan blanko harus $<$ batas deteksi
- Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analis. Perbedaan hasil pengukuran duplo $< 20\%$.

5 Rekomendasi

Kontrol Akurasi

- Analisis CRM

Lakukan analisis CRM (*Certified Reference Material*) untuk kontrol akurasi. Larutan pekat CRM diencerkan dengan air laut buatan sampai konsentrasi 0,5 mg/l. Kemudian lakukan langkah 3.6 b) dan 3.6 g) dari 3.6.

- b) Analisis *blind sample*.
- c) Kisaran persen temu balik adalah 85% – 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
- d) Untuk kontrol gangguan matriks lakukan analisis *spike matriks*. Kisaran persen temu balik adalah 85% – 115%.
- e) Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.



Lampiran A

(informatif)

Presisi dan akurasi

Validasi metode cara uji amonia ($\text{NH}_3\text{-N}$) dalam air laut dengan biru indofenol secara spektrofotometri telah dilakukan oleh 5 (lima) orang analis dari satu laboratorium dengan waktu dan peralatan yang berbeda memberikan simpangan baku (standar deviasi) antara 3,27 – 4,51.

Uji temu balik (*Recovery*) dilakukan terhadap 20 ml contoh uji air laut ditambah 5 ml larutan baku amoniak, $\text{NH}_3\text{-N}$ 2,5 mg/l memberikan nilai antara 93% – 107%.



Lampiran B

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut.

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman kurva kalibrasi.
- 5) Nomor contoh uji.
- 6) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 7) Batas deteksi.
- 8) Perhitungan.
- 9) Hasil pengukuran duplo.
- 10) Hasil pengukuran blanko.
- 11) Hasil pengukuran persen *spike matriks* dan *CRM* atau *blind sample*.
- 12) Kadar amonia dalam contoh uji.

Bibliografi

Hutagalung, Horas P., Dkk (Editor) 1997, *Metode Analisis Air Laut, Sedimen dan Biota*, Buku 2, Jakarta : P3O-LIPI.

Leonore S.F. Cleveri et al. 1998, *Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*, No. 3112, 20th Edition, Washington DC : APHA, AWWA, WEF.

SNI 19-4190-1996, *Rujukan karya tulis*, Jakarta : DSN.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id